

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ pH ОСАЖДЕНИЯ СЛОИСТОГО ГИДРОКСИДА ГАДОЛИНИЯ НА ЗНАЧЕНИЕ РАЗМЕРА ОБЛАСТИ КОГЕРЕНТНОГО РАССЕЯНИЯ*

Слоистые гидроксиды редкоземельных элементов (СГРЗЭ) – относительно новый класс слоистых соединений, открытый научной группой Gandara в 2006 году [1]. Благодаря сочетанию слоистой структуры и редкоземельного элемента, эти вещества обладают уникальными оптическими, магнитными и структурными свойствами. В настоящее время СГРЗЭ на основе гадолиния считаются перспективными прекурсорами для создания люминесцентной оксидной керамики [2]. Поэтому исследование физико-химических свойств слоистого гидроксида гадолиния является перспективной научной задачей. Целью настоящего исследования является определить влияние pH осаждения на значение размера области когерентного рассеяния (ОКР) синтезированных образцов.

Осаждение проводилось путем контролируемого двухструйного осаждения [3]. Раствор нитрата гадолиния с концентрацией 0,1 моль/дм³ одновременно с раствором аммиака с концентрацией 5 моль/дм³ дозировали в общий реакционный объем, подбирая скорость таким образом, чтобы pH реакционного объема на протяжении всего осаждения оставался на заданном уровне: 7,4; 7,6; 7,8; 8,0; 8,2; 8,4; 8,6; 8,8 и 9,0. Перед началом осаждения в реакционный объем помещали 150 см³ раствора нитрата аммония с концентрацией 0,3 моль/дм³, что обеспечило постоянный солевой фон на протяжении всего осаждения. Полученные после осаждения суспензии фильтровали на вакуумном фильтре, а осадок промывали дистиллированной водой и азеотропным изопропиловым спиртом. Далее промытые порошки сушили при 50 °С в течение 24 часов.

* © Гордеев Е.В., 2021

Рентгенофазовый анализ высушенных порошков проводили с помощью дифрактометра X'pert Philips. Значение размера ОКР рефлекса (220) было рассчитано по методу Шерера. Полученные дифрактограммы и значения размеров ОКР представлены на рис.1 а, б соответственно.

Серия рефлексов (001) подтверждает наличие слоистых структур, рефлекс (220) характеризует непосредственно гидроксслой а интенсивность этого рефлекса говорит о кристаллическом состоянии образца после осаждения [4]. Образец, синтезированный при $\text{pH} = 7,4$ более склонен к аморфном состоянию, поэтому рассчитать значение размера ОКР затруднительно. Такое отличие от образцов, синтезированных при более высоких pH , может быть объяснено частичным растворением осадка во время осаждения, так как при $\text{pH} < 7,4$ образование осадка визуально не наблюдается.

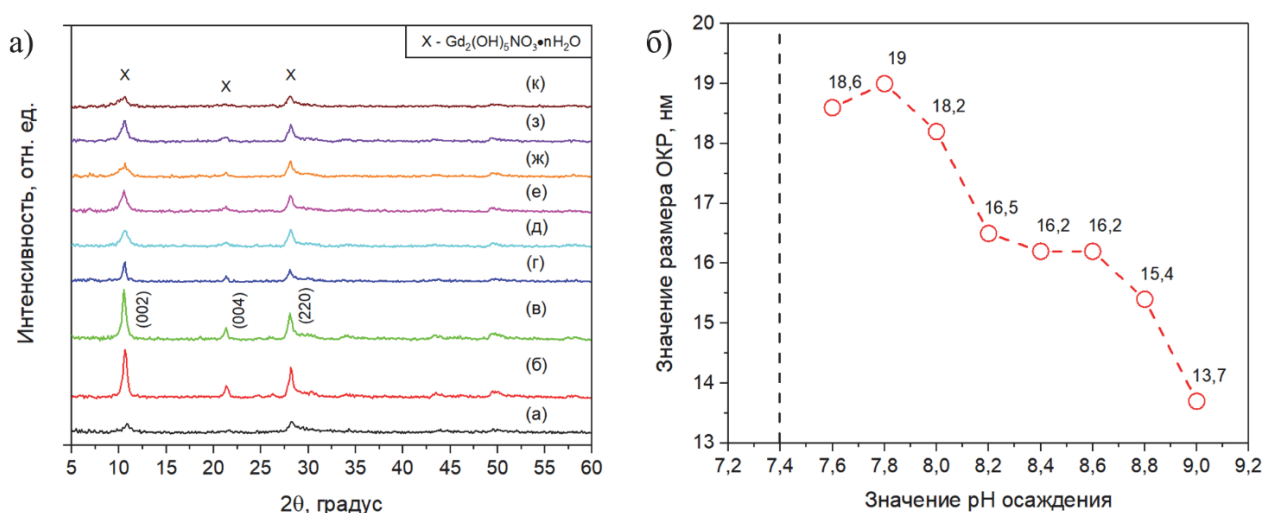


Рис. 1. Изображения: а –дифрактограмм образцов, осажденных при pH 7,4 (а); 7,6 (б); 7,8 (в); 8,0 (г); 8,2 (д); 8,4 (е); 8,6 (ж); 8,8 (з) и 9,0 (к); б – значения размера ОКР рефлекса (220) для образцов, синтезированных при различных значениях pH

Размер ОКР для рефлекса (220) имеет максимальное значение при минимальном pH осаждения, в котором достигается количественное осаждение ионов гадолиния, и уменьшается с увеличением значения pH осаждения. Ре-

зультаты этой работы помогут в дальнейшем синтезе прекурсоров для создания высокоэффективных плёночных и порошковых люминофоров.

Список литературы

1. Layered rare-earth hydroxides: a class of pillared crystalline compounds for intercalation chemistry / F. Gándara et al. // *Angewandte Chemie International Edition*. – 2006. – V. 45, №. 47. – P. 7998–8001. DOI: 10.1002/anie.200602502.
2. Structural characterization and photoluminescence of (Gd_{1-x}Er_x)₂O₃ nanophosphors synthesized by co-precipitation of layered precursors / M. A. Mashkovtsev et al. // *Ceramics International*. – V. 47, №. 2. – P. 2725–2734. DOI: 10.1016/j.ceramint.2020.09.125.
3. Gordeev E. V., Mashkovtsev M. A., Aleshin D. K. Synthesis and study of gadolinium-erbium layered hydroxonitrates and hydroxosulfates // *AIP Conference Proceedings*. – AIP Publishing LLC, 2019. – V. 2174, №. 1. – P. 020021. DOI: 10.1063/1.5134172.
4. Fabrication of (Y_{0.95}Eu_{0.05})₂O₃ phosphors with enhanced properties by co-precipitation of layered rare-earth hydroxide / D. K. Aleshin et al. // *J. Alloys and Compounds*. – 2019. – V. 805. – P. 258–266. DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.07.046.

Работа частично поддержана проектом FEUZ-2020-0059 Минобрнауки РФ.